

TMDK DOLGOZAT

Additív technológiával előállított e-acél
alkatrészek hőkezelési stratégiájának kidolgozása

Kiszel Domokos Zoltán

Gépészmérnök MSc

Konzulens:

Dr. Kocsis Bence János

2023

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés	5
1.1	Az e-acél felhasználása	5
1.2	Elektromos acélok fajtái, ötvözetek.....	9
1.2.1	Vas és vas-szén ötvözetek.....	9
1.2.2	Vas-Nikkel ötvözetek.....	9
1.2.3	Vas-Kobalt ötvözetek.....	9
1.2.4	Vas-Szilícium ötvözetek	10
2.	Additív gyártástechnológia.....	11
2.1	Additív gyártás általános jellemzése	11
2.2	3D fémnyomtatási eljárások	13
3.	Kísérleti eljárások	16
3.1	Porágyas olvasztás – PBF	16
3.2	Hőkezelési stratégiák	17
3.3	Komplex permeabilitás-spektrum mérés	19
3.4	Mikroszkópos mérések	20
3.4.1	Optikai mikroszkópos mérések	20
3.4.2	Pasztázó elektronmikroszkópos mérések.....	21
3.4.3	Visszaszórt elektron diffrakciós mérések	21
3.5	Keménységmérés	22
4.	Eredmények	23
4.1	Komplex permeabilitás-spektrum mérés eredményei	23
4.2	Mikroszkópos mérések eredményei	25
4.3	Keménységmérés eredményei	30
5.	Konklúzió	31
5.	Referenciák	33

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni a Széchenyi István Egyetem Anyagtudományi és Technológiai Tanszéknek, hogy biztosították számomra a mérésekhez, vizsgálatokhoz szükséges gépeket, eszközöket, mint a hőkezeléshez használt kemencét, laboratóriumi mérleget, piknométert, LCR métert, optikai mikroszkópot, pásztázó elektronmikroszkópot és keménységmérő berendezést.

Külön szeretném megköszönni Dr. Kocsis Bence Jánosnak a DMLS 3D fémnyomtatóval történő toroid minták nyomtatásában, azok mérésében, vizsgálatában nyújtott segítségét.

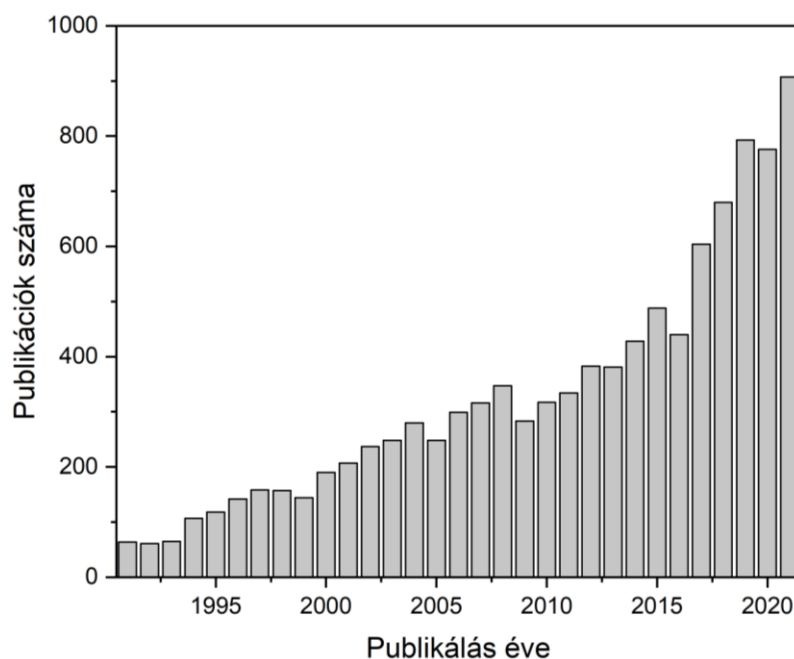
Köszönettel tartozom Prof. Dr. Szabó Péter Jánosnak, a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék tanszékvezetőjének, hogy segített a SEM-EBSD mérések lebonyolításában és szoftveres kiértékelésében.

1. Bevezetés

A fenntartható fejlődés és klímacélok teljesítésének egyik fontos eleme a személyi és tömegközlekedési eszközök kőolaj alapú hajtásrendszerének átalakítása. Jelenleg az elektrifikáció és hidrogén alapú hajtásrendszerek fejlesztésére fektetik a legnagyobb hangsúlyt. Az átállás sebessége és a globális ellátási láncok alapjául szolgáló dízel teherhajók és vasúti járművek változatlan mértékű használata az ezen irányú törekvéseket gyakorlatilag semmissé teszik. Ettől függetlenül rendkívül nagy energiákat fektetnek a korszerű elektromos hajtásrendszerek kifejlesztésére. Két fő kutatási irány dominanciája figyelhető meg, amelyek az akkumulátortechnológia és a ritka földfémektől mentes permanens mágneses anyagok fejlesztésére fókuszálnak. Dolgozatomban az elektromotorok gyártása során jelenleg legnagyobb mértékben alkalmazott vas-szilícium ötvözet kutatására koncentráltam. Speciális aspektusból közelítettem meg a témát, mivel az elektroacélok egy különleges, régóta ismert, nagy szilícium-tartalmú ötvözetének additív módon előállított anyagát vizsgáltam.

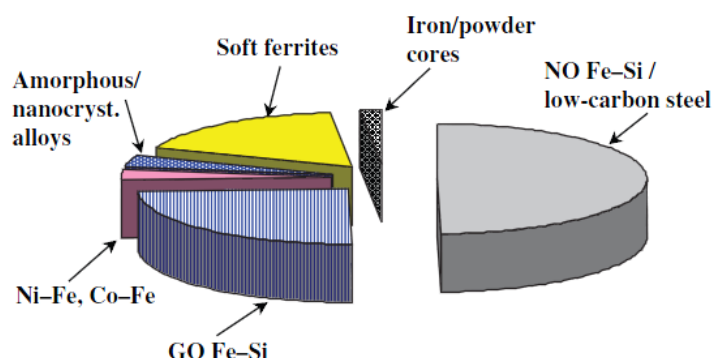
1.1 Az e-acél felhasználása

A teljesítményelektronika és elektromos hajtású gépek iránti fokozott kereslet biztosítja a hajtóerőt a korszerű, energiahatékony megoldások kifejlesztésére, amelyre megoldást a jelenkor mérnökeinek kell találnia. Ezen okból kifolyólag a lágymágneses anyagok fejlesztésére nagy hangsúlyt kell fektetni. Ezt az elmúlt évek publikációs száma is bizonyítja a témában (lásd 1. ábra).



1. ábra Lágymágneses anyagok témakörében publikált folyóiratcikkek száma 1990-2021 között a Web of Science adatbázisa alapján.

Az alacsony és közepes frekvenciatartomány tekintetében (néhány Hz-től a néhány kHz-es tartományig) a magas szilíciumtartalmú ötvözetek ígéretesnek bizonyulnak relatív olcsóságuk és jó elektromágneses tulajdonságaik (kis hiszterézis és vasvesztés, nagy permeabilitás) miatt. Orientált és orientáció nélküli, hidegen hengerelt elektroacélok teszik ki a lágymágneses anyagok piacának közel háromnegyedét.



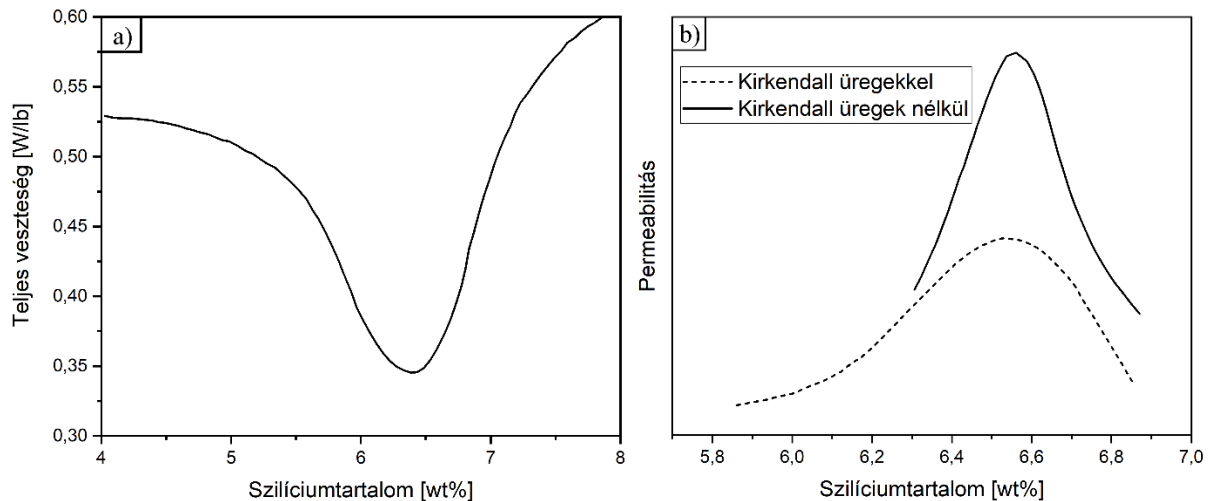
2. ábra Lágymágneses anyagok kereskedelmi forgalmának alakulása 2015-ben [1].

Ezen felül amorf és nanokristályos anyagok, porvasmagok, lágú ferritek, vas-nikkel, vas-kobalt ötvözetek fordulnak elő nagyobb mennyiségben. Az elektromos járművek iránti ugrásszerű keresletnövekedés miatt 2022-2023-ban már hiány alakult ki elektromos acélból, veszélyeztetve az autógyártók elektrifikációs terveit.

Az elektroacélok minden modern autóban megtalálhatóak kezdve a tükröket mozgató kis motoroktól az elektromos járműveket hajtó nagy teljesítményű elektromos gépekig. Az utóbbi különösen nagy mértékben támaszkodik az elektromos acélokra. Ezek piaca két fő szegmensre osztható fel: egyrészt a szemcseorientált elektromos acélok (grain-oriented electrical steel – GOES) piacára, másrészt a nem orientált elektromos acélok (non-oriented electrical steel – NOES) piacára. Az előbbi acélokat statikus berendezésekben, mint például transzformátorokban, míg utóbbiakat forgó mozgást végző gépekben, például generátorokban és motorokban használják.

Az elektromos acélok jellemzően 2 mm vagy annál vékonyabb, hidegen hengerelt lemezekből készülnek, majd beépítésre alkalmas geometriájukat sajtolás, lézervágás vagy huzal szikraforgácsolás révén nyerik el. A szilíciumtartalom jellemzően 3,2% alatti, e-felett ugyanis nagymértékű ridegedés tapasztalható, ami megnehezíti a későbbi megmunkálást. Ezen

ötvözetek közül is kiemelkedik a Fe-6,5wt%Si, amely közel nulla magnetostrikciója és magnetokristályos-anizotrópiája, valamint nagy elektromos ellenállása miatt kiváltképp alkalmas vasmaganyagnak (3. ábra).



3. ábra A szilíciumtartalom veszteségre (a) és permeabilitásra (b) gyakorolt hatása [2], [3].

A szilíciumacélok között a Fe-6,5wt%Si ötvözet rendelkezik a legkisebb veszteséggel (3. ábra) és a legnagyobb mágneses permeabilitással (3. ábra). Lágymágneses anyagokat használnak mind egyenáramú, mind pedig váltóáramú villamosgépekben. Egyenáramú berendezésekben a kívánt mágneses fluxus akkor jön létre, amikor a lágymágneses anyagokat egy külső gerjesztett mezőben feszültség alá helyezzük, amelyet általában úgy hozhatunk létre, hogy elektromos áramot vezetünk át egy gerjesztőtekercsen. Ezután a lágymágneses anyagokat a külső tér gerjesztett tér megszüntetésével, azaz a gerjesztőtekercs áramának kikapcsolásával lemágnesezzük. Tipikus egyenáramú berendezések például az emelő elektromágnesek vagy az elektromágneses kapcsolók.

Permeabilitás, mágneses fluxussűrűség és belső koercivitás a kulcsfontosságú tulajdonságok lágymágneses anyagok esetén. Váltóáramú berendezésekben a lágymágneses anyagokat ciklikusan felmágnesezik és lemágnesezik, az indukciós tekercsre táplált váltakozó áram frekvenciáját követve. A transzformátorok és generátorok mind váltakozó áram alatt működnek. A megfelelő mágneses fluxussűrűség mellett a minimális energiavesztés a legfontosabb szempont az AC berendezéseknél [4].

A hatékony energiaátalakításhoz innovatív, nagy teljesítményű és gazdaságos motorkoncepciókra van szükség. Az elektromos gépek hatékonysága, költsége és élettartama a

rendszerkialakításon kívül jelentősen függ a felhasznált anyagoktól, különösen a lágymágneses anyagokétól [5].

A lágymágneses anyagokkal közvetlenül összefüggő egyik legnagyobb energiaveszteség a vasveszteség, amely a gerjesztési frekvenciával nő. Motorok és transzformátorok esetén a magasabb frekvenciatartományban működtetés kedvező lehet a veszteségtényezők ismeretének függvényében. Egy kis vasveszteséggel, magas frekvenciatartományban üzemelő gépből nagyobb teljesítményt lehet kihozni, mint egy ugyan olyan gép, alacsonyabb frekvencián történő üzemeltetése esetén. Vagyis egy nagyobb frekvencián, hatékonyan üzemelő gép energiasűrűsége jobb lesz vagyis miniatürizálásra ad lehetőséget a tervezőnek, anélkül, hogy csökkenne a gép teljesítménye. Továbbá, ha a disszipációs veszteségek csökkennek, akkor egy adott működési tartományban akár az elektromágneses gép hűtését is csökkenteni lehet vagy akár teljes mértékben el is lehet hanyagolni. Ez az oka annak, hogy a lágymágneses anyagokkal foglalkozó kutatók többsége nagy hangsúlyt fektet a vasveszteség és hiszterézisveszteség csökkentésére magasabb gerjesztési frekvenciákon. A mágneses anyagok tulajdonságainak javítása rendkívül kifizetődő. Például egy transzformátorban az energiahatékonyság 1,5%-os növekedése 240×10^9 kW·h közvetlen megtakarítást jelent, ami évi 12 milliárd dollárnak felel meg 0,05 dollár/kW·h áramár esetén [4].

1.2 Elektromos acélok fajtái, ötvözetek

1.2.1 Vas és vas-szén ötvözetek

A vas és vas-szén ötvözetek a legkorábbi lágymágneses anyagok, melyeket már az 1800-as évek óta használnak. A mágneses Fe-C ötvözeteket alacsony széntartalmú acélnak vagy egyszerűen vasnak, lágyvasnak neveznek. Ezekben az ötvözetekben a széntartalom átlagosan 0,1 tömegszázalék. Nagyon magas 2,15T telítettségi fluxussűrűség, 70 [A/m] alacsony koercivitás és 5000 maximális permeabilitás jellemzi. A mágneses tulajdonságainak javítása a kémiai szennyezők minimalizálásával és a kristályorientáció szabályozásával érhető el. A vasat és az alacsony széntartalmú acélt még ma is használják magas telítési indukciójuk és alacsony költségük miatt. Alapanyagként használják mai napig egyenáramú és alacsony frekvenciájú gépekben, például elektromágnesekben és relékben, valamint alacsony fogyasztású motorokhoz olyan fogyasztási cikkekben, ahol az energia veszteség nem olyan fontos szempont, mint például a porszívó [6].

1.2.2 Vas-Nikkel ötvözetek

A 35% vagy a feletti nikkel tartalmú ötvözeteket permalloy-nak szokás hívni. Kezdetben csak a $\text{Ni}_{78,5}\text{Fe}_{21,5}$ ötvözetre vonatkozott ez a márkanév. Ezeket az ötvözeteket széles körben használják elektromos gépekben a kiváló mágnesezési tulajdonságai miatt. A permalloy ötvözetek rendkívül lágy anyagok, nagy permeabilitással és nagyon kicsi koercivitással. Hátrányuk, hogy telítési indukciójuk viszonylag kicsi ($>1\text{T}$). 1923-ban fedezték fel, hogy a $\text{Ni}_{78,5}\text{Fe}_{21,5}$ ötvözet magas 13 000-es kezdeti permeabilitást mutat, ami körülbelül 30-szorosa az akkoriban használt lágyacélnak. Emiatt a permalloyokat előszeretettel használják relék magjaihoz [6].

1.2.3 Vas-Kobalt ötvözetek

A vas-kobalt ötvözetekkel napjainkban egyre több kutatási terület foglalkozik ugyanis, a telítése és a Currie hőmérséklete egyidejűleg növelhető. 1927-ben az $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ ötvözetéről kiderült, hogy lényegesen magasabb permeabilitást, ugyanakkor alig kisebb telítési mágnesezést eredményez, mint az előtte használt $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$. Az ötvözetet Permendurnak nevezték, mert a mágneses permeabilitása még nagy mágneses indukció mellett is megmarad. A mechanikai tulajdonságainak javítása érdekében 2 wt% vanádiumot adnak hozzá, az így kapott $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{49}\text{V}_2$ ötvözet könnyebben megmunkálható. Ezt követően 1957-ben Gould és

Wenny tovább javította a $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{49}\text{V}_2$ ötvözetnek a mágneses tulajdonságait úgy, hogy az előállításnál két lépésben melegen hengerelték és jeges vízben hűtötték az anyagot. Az új eljárással előállított ötvözetet Supermendurnak nevezték, amely ezáltal még jobb mágneses tulajdonságokkal bírt, mint például alacsonyabb koercivitás, alacsonyabb hiszterézis veszteség és a magasabb maximális permbeabilitás. Ezeknek az ötvözeteknek viszont a nagy hátránya a kobalt magas piaci ára. 2014-2019 között például a kobalt ára a fémőzsdén 22 000 – 95 000 \$/t között mozgott, ami lényegesen (kb. 6-20-szor) drágább, mint a vas [6].

1.2.4 Vas-Szilícium ötvözetek

A szilícium annak ellenére is, hogy csökkenti mágnesezéskor a telítettséget és a Curie hőmérsékletet, nagyon hatékony ötvöző a korszerű lágymágneses anyagokban. A jó mágneses tulajdonságokkal bíró Fe-Si ötvözeteket szilíciumacéloknak nevezik. A szilícium tartalom szerint léteznek szemcseorientált és nem orientált szerkezetű szilíciumacélok. A 2-3,5 tömegszázalék közötti szilíciumacélok nem orientáltak, a 3,5 tömegszázalék felettiek pedig szemcseorientáltak. A nem orientált és szemcseorientált szilíciumacélokat elsősorban motorok és transzformátorokban használják maganyagként [7]–[10].

Már az 1900-as években elkezdődött a Fe-Si ötvözetek mágneses tulajdonságainak vizsgálata. A melegen hengerelt szilíciumacélt a vas és Fe-C ötvözetek helyettesítésére kezdték el használni alacsony és a közepes frekvenciájú motorok és transzformátorok maganyagaként. Ezzel a szilíciumacél az 1920-as évekre a leggyakrabban használt maganyaggá vált. A szilíciumacélokat tovább javította aztán a kétszeres hideghengerlés, ami a szemcseorientáció javulását eredményezte. A gyártási folyamatok javításával és a szilíciumacélok további vizsgálataival a 20. században a motorok és transzformátorok magvesztesége folyamatosan csökkent.

A magveszteség csökkentését elsősorban három módon sikerült elérni:

- A gyártástechnológia fejlesztésével. A melegghengerlésről kétfokozatú hideghengerlésre és átkristályosításra való áttéréssel szemcseorientált szilícium acélt fejlesztettek ki, amely nagymértékben csökkentette a magveszteséget.
- A laminálás vastagságának csökkentésével. Miután felfedezték, hogy az örvényáramú veszteség négyzetesen arányos az elektroacél vastagságával, az 1920-as évektől folyamatosan csökkentették a lemezvastagságot. A vastagság csökkentésével a magveszteség is csökkent, viszont a gyártási eljárás költsége nőtt.

- A mikroszerkezet finomításával. Ez a szilíciumacél lemezek felületeibe bevitt feszültséggel oldható meg [6].

A jelenleg legszélesebb körben használt 3 wt%-os szilíciumacélhoz képest a 6,5 wt% szilíciumot tartalmazó acél kedvezőbb tulajdonságokkal rendelkezik, mivel nagyobb az elektromos ellenállása, nagyobb a telítési mágnesezettsége és közel nulla magnetostrikcióval rendelkezik. A magas szilíciumtartalom azonban elősegíti a rendezett fázisok (B_2 , DO_3) kialakulását, ami nagymértékű ridegséget eredményez [11]. Ez meggátolja a gazdaságos, hagyományos feldolgozási módszerekkel történő tömeggyártását. Számos új feldolgozási és előállítási módszer létezik (pl. CVD, PVD, melegsórázás).

A teljesítményvesztés általában két részre bontható. Egyrészt a hiszterézis veszteségre, amely az anyag belső tulajdonságaival, szemcseméretével és kristályszerkezetével van összefüggésben. Másrészt az örvényáramú veszteségre, amely pedig az indukált elektromos áramból, az elektromos ellenállásból és az eszköz geometriájából adódik. Tehát a szilíciumacélok teljesítményvesztését három fő tényező befolyásolja, a szemcseszerkezet, a kémiai összetétel és a geometria. A magas szilíciumtartalmú acélt használó motorok és transzformátorok prototípusait jobb hatásfokkal és teljesítménysűrűséggel jellemzik a kutatások. Ha a feldolgozási költségeket, valamint a méret és forma korlátait sikerül legyőzni, akkor a magas szilíciumtartalmú acél várhatóan szélesebb körben is elterjed majd az iparban [4].

2. Additív gyártástechnológia

2.1 Additív gyártás általános jellemzése

Napjainkban számos kutatás foglalkozik additív gyártástechnológiával előállított anyagok vizsgálatával. Ennek legfőbb oka, hogy 3D nyomtatással nemcsak egyszerű szerkezeti anyagokat lehet előállítani, hanem olyan egyedi tulajdonságokkal bíró, összetett geometriájú funkcionális alkatrészeket is, melyek hagyományos gyártástechnológiai módszerekkel nem kivitelezhetők.

A lágymágneses szilíciumacélok különösen érdekesek ilyen téren, mivel ezek az ötvözetek alkotják a korszerű elektromos motorokban, transzformátorokban a vasmagot. A megfelelő anyagválasztás révén kiaknázhathatjuk a magas mágneses permeabilitásukat és elektromos ellenállásukat, amelyek hatékonyan csökkentik a teljesítményvesztést váltakozó üzemű gépekben. Ám a jelenleg ismert legjobb lágymágneses szilíciumacél összetétele

hagyományos gyártástechnológiai eljárásokkal (szubsztraktív és formaadó technológiákkal) nem gyártható. Erre nyújt alternatívát a fém 3D nyomtatás.

A lézeres porágyas olvasztás (powder bed fusion – PBF) mindezekre a tényezőkre jelentős hatással lehet és egyedi elektromágneses eszközök tervezését teszi lehetővé. Korábbi kutatások már kimutatták, hogy a magas szilíciumtartalmú elektromos acélok hatékonyan előállítható fűzés alapú 3D nyomtatással [5], [12], [13]. Additív technológia alkalmazása révén lehetőségünk nyílik szemcseorientációval ellátott szerkezetek 3D nyomtatására, valamint egyedi, komplex geometriájú komponensek nyomtatására, melyek hatékonyan tudják csökkenteni az elektromágneses berendezés különböző veszteségtényezőit.

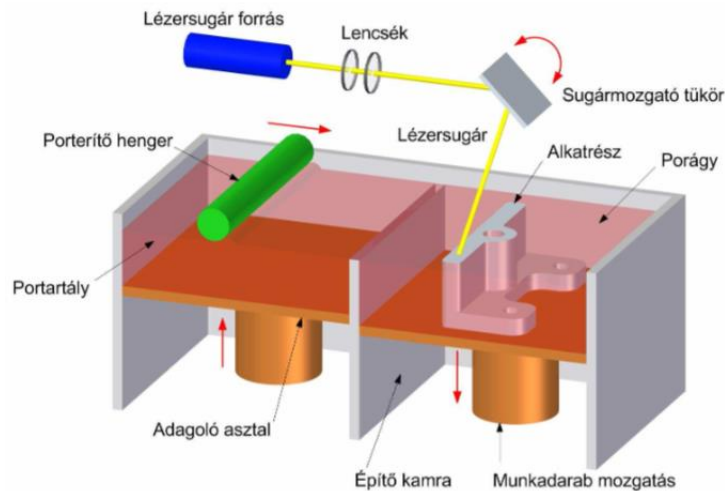
Az additív gyártás tehát lehetővé teszi, a lágymágneses anyagok közvetlen gyártását, kvázi függetlenül azok mechanikai tulajdonságaitól. Például további ötvözőkkel történő ridegség növekedés nem feltétlenül hátráltatja az additív gyártási eljárás sikeres lefutását, ugyanakkor növeli az anyag elektromos ellenállását. Az additív gyártás nagy tervezési szabadságot biztosít például topológiai optimalizált struktúrák kialakításához, amely az elektromos ellenállás növelése céljából is készülhet, vagy akár újszerű, különleges mikroszerkezetű anyagok kifejlesztését teszi lehetővé (például villamosszigetelő anyagok) [5], [14].

2.2 3D fémnyomtatási eljárások

A 3D fémnyomtatás legfőbb építőeleme a fémport vagy huzal. Habár a fémport kezelése és előállítása nehézkes és az egészségre is ártalmas az egyedi tulajdonságai és könnyű ötvözése miatt ez a legkedveltebb és legnagyobb mennyiségben felhasznált alapanyag az additív technológiák területén. Mivel a fém 3D nyomtatók nagytöbbsége fémport használ, ezért a különbség leginkább abban rejlik, hogyan kezelik a fémport és hogyan építenek belőle alkatrészeket. Többféle eljárás létezik. Vannak technológiák, amelyek a rétegek felépítéséhez nagy energiájú lézert vagy elektronnyalábot használnak, de létezik gyorsító gázzal és emelt hőmérséklettel dolgozó, robotvezérelt nyomtatófej is, illetve vannak szál alapanyagból dolgozó eljárások is, ahol a szál valamilyen mátrix anyag, amely fémporral van töltve [15].

- SLM – Szelektív lézeres olvasztás

Az ilyen típusú fémnyomtatók egy vékony porréteget terítenek szét egyenletesen a nyomtatási munkatérben, amelyet egy nagyteljesítményű lézer megolvaszt a nyomtatandó modell keresztmetszetének megfelelő területeken (4. ábra). Napjainkban ez a leggyakoribb fémnyomtatási eljárás. Az SLM 3D nyomtatók vagy más néven direkt fém lézerszinterezők (direct metal laser sintering - DMLS) vagy porágyas fűzős nyomtatók (powder bed fusion – PBF) nagyenergiájú lézersugárral olvasztják össze a nyomtatandó alkatrészek rétegeit. A nyomtatás pontossága a lézersugár fókuszpontjának méretétől, az alkalmazott fém por szemcseméretétől (eloszlásától) és a rétegvastagságtól függ. Az SLM típusú 3D nyomtató ideális az olyan alkatrészek előállítására, amelyek a hagyományos forgácsolási technológiákkal nem, vagy csak nehezen megmunkálhatók. Az eljárás bonyolultságából adódóan az alkatrészeket gyakran módosítani kell és kellő szakmai tapasztalattal kell rendelkezni annak érdekében, hogy első nekifutásra megfelelő végeredményt kapjunk. A támaszstruktúrák alkalmazása elengedhetetlen ennél az eljárásnál. Ezek funkciója kettős. Egyfelől rögzíti a nyomtatandó alkatrészt a tárgyasztalhoz, másfelől garantálja a megfelelő hőelvezetést az adott helyről. Ez különösen fontos lehet magas, vékony, kis falvastagságú részek nyomtatása esetén. Az elkészült alkatrészek sok esetben utómunkálásra szorulnak és számos esetben szükséges a hőkezelésük is [16].



4. ábra SLM berendezés sematikus ábrája [17].

Az SLM típusú nyomtatók amerikai szabadalom szerint készültek, melyben a porágyas fűzés eljárás kötő- és folyasztószer-mentes fémporból építi fel a nyomtatandó alkatrészt. A lézersugár energiáját úgy kell megválasztani, hogy a fémporréteg a lézersugár beesési pontján teljes rétegvastagságban (de inkább néhány rétegnyi vastagságban) megolvadjon, oly módon, hogy minden pásztázási sáv valamelyest átfedésben legyen az előző réteggel, hogy a megfelelő fémes kötések biztosan létrejőjenek, ezáltal biztosítva a homogén szilárd anyag létrejöttét. A teljes műveletet védőgázban hajtják végre, annak érdekében, hogy megakadályozzák a nemkívánt oxidációs reakciókat. Mivel a fémpor mentes a kötő- és folyasztószerektől és minden réteg az alkalmazott fém olvadáspontja fölé hevül, így a keletkező szilárd anyag mechanikai tulajdonságai szinte teljes mértékben megegyeznek az ömlesztett, tömbi anyagéhoz.

Az SLM nyomtatási eljárásban a maradó feszültségek forrása a hőbevitel ciklussága, amikor a lézer minden rétegen végigfut, ahol a korábban megszilárdult rétegeket többször újraolvasztja majd a ciklus végeztével a darab visszahűl. Ha a hevítés során az alkatrész egy adott rétegében a feszültséggradienseket nézzük, a két legfontosabb terület a réteg felső része, valamint a réteg és az előző réteg közötti határfelület. A hőtágulás miatt a réteg tetején húzófeszültség figyelhető meg, míg a hűtőfelületen nyomófeszültségek hatnak. Ha csak egy réteget nyomtatnánk, az nem lenne probléma, mivel az anyag lehűlése után a feszültségek természetesen eloszlanak. A probléma akkor jelentkezik, amikor az alatta lévő rétegek korlátozzák a közvetlenül az olvadékmedence alatti rétegek hőtágulását és összehúzódását; ez egyidejűleg több réteg mélységében is előfordulhat, és többször is megtörténhet ugyanazzal a réteggel az építés során. Az anyagot nem feltétlenül kell megolvasztani ahhoz, hogy ez

megtörténjen. Ez rugalmas nyomófeszültséget okozhat a rétegeken belül, ami feszültséggradiens kialakulását eredményezi a rétegek között.

Ahol a rétegek szabadon mozoghatnak, a rétegek közötti maradékfeszültség kicsi. Ez azonban nem nulla, mivel némi sűrűlódás továbbra is fennáll a rétegek között. Ahol pedig a rétegek összeolvadása miatt nem tudnak elmozdulni, ott a feszültségek gyorsan felhalmozódhatnak, mivel nem engedik szabadon mozogni, és ezért a következő rétegek felmelegedésekor meghajolhatnak.

Számos módja van a maradék feszültségek leküzdésének. Az SLM eljárás során minden alkatrész fizikailag kapcsolódik az alaplaphoz, így segítve a rétegek megtámasztását és rögzítését, amíg az alkatrészttest elég nagy lesz a feszültségek elviseléséhez. Ezt úgy érhetjük el, hogy az első porréteget közvetlenül az tárgyasztalhoz olvasztjuk hozzá (ráhegesztjük), mintha az anyaghordozó lenne [18].

- EBM – Elektronsugaras olvasztás

Az EBM fémnyomtatók, ahogy a nevük is mutatja lézersugár helyett elektronsugárral olvasztják meg a fémport. A technológia pontossága az SLM változathoz képest alacsonyabb, de a gyártás folyamata összességében gyorsabb, nagyobb tárgyak esetén. Az EBM és SLM nyomtatók felhasználási területe, telepítési és üzemeltetési költsége közel azonos [15].

- Powder DED – közvetlen energiával történő rétegzés

A DED fémnyomtatási technológia estén az alapanyag adagolása és annak hevítése egy helyen történik, a nyomtató fejében. A kapott alkatrészek minősége nagyon hasonlít a SLM vagy EBM technológiával készültkéhez. Az SLM nyomtatókhoz hasonlóan ez a nyomtató is lézert használ a fémpor megolvasztásához, a különbség az, hogy itt nem az építőtálcán teríti el egyenletesen a fémport a nyomtató, hanem egy nyomtatófejből fűjja azt a tárgyasztalra/tárgyra, a fűjás mellett a fejen lévő lézer pedig azonnal megolvasztja a fémport. A másik nagy különbség az SLM típusú nyomtatáshoz képest, hogy a Powder DED nyomtatók használhatók nem nyomtatott alkatrészek javítására is, köszönhetően a különleges anyagadagolásának [15].

- Wire DED – közvetlen energiával történő rétegzés

A Wire DED nyomtatók nagyban hasonlítanak a porfűjásos DED nyomtatókhoz, por helyett azonban fém huzallal dolgoznak. A huzalt jelen esetben is lézer olvasztja meg. Az alakrészek ezzel a technológiával gyorsabban nyomtathatók ki, mint az előző technológiákkal azonban kevésbé lesznek pontosak. Sokkal nagyobb mértékű a felületi érdesség, ezáltal kivétel nélkül, minden esetben szükség van utómunkálásra [15].

- BJ - Binder Jetting – Kötőanyag-sugaras nyomtatás

A Binder Jetting nyomtatók a hagyományos papírra történő 2D nyomtatásból származó fűvókás technológiát használják. Első lépésben a gép egyenletesen fémport terít szét a tárgyasztalon. Olvasztás helyett itt azonban a 2D nyomtatóknál is használt nyomtatófej fűvókáiból polimer alapú kötőanyagot fecskendeznek a nyomtatandó alkatrész keresztmetszetének megfelelő területeire, finoman összefogva ezzel a fémport. A művelet rétegről rétegre ismétlődik, amíg fel nem épül a munkadarab. A Binder Jetting technológiával nyomtatott alkatrészeket utókezelni kell, szinterezni, hogy teljes egészében fém alkatrészeket kapjunk. A Binder Jettingnek két fő előnye van a hagyományos SLM nyomtatókhoz képest. Az egyik előnye, hogy a Binder Jetting berendezések jelentősen gyorsabbak, mivel egyszerre akár több polimer fűvókával tudnak dolgozni. A másik nagy előnye, hogy ezek a gépek a teljes munkateret az SLS nyomtatókhoz hasonlóan kihasználva egyszerre sok alkatrészt tudnak elkészíteni [15].

3. Kísérleti eljárások

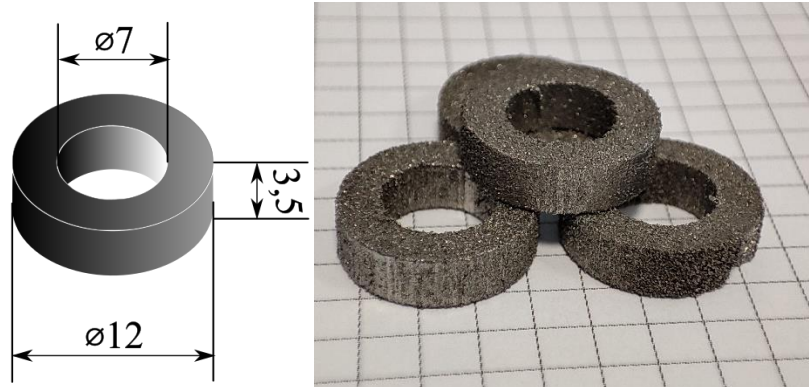
3.1 Porágyas olvasztás – PBF

A minták geometriáját illetően toroid, gyűrű alakú mintákat készítettem (lásd 5. ábra), amely ideális a mágneses tulajdonságok méréséhez és a további anyagszerkezeti és mikroszkópos vizsgálatokhoz. A toroid geometria komplexnek tekinthető, pláne élére állított nyomtatási elrendezés esetén. Ebből fakadóan képet kaptam a Fe-6.5wt%Si nyomtathatóságáról. Kutatásommal párhuzamosan futó tesztek során, melyben 5 x 5 x 5 mm-es kockákat nyomtattak különböző paraméterbeállításokkal, változtatva ezáltal a térfogati energiasűrűséget (VED – volumetric energy density) kijött, hogy az ideális paraméterbeállítás ezen ötvözet esetén a $P_{\text{lézer}} = 165 \text{ W}$, $v_{\text{scan}} = 700 \text{ mm/s}$, amelyből a térfogati energiasűrűség (E_d – $[\text{J/mm}^3]$) a P – lézerteljesítmény $[\text{W}]$, v – lézer pásztázási sebessége $[\text{mm/s}]$ értékek mellett a h – lézer pásztázási vonalai közti távolság $[\text{mm}]$ és d – rétegvastagság $[\text{mm}]$ alapján, a következő képlettel számítható ki:

$$E_d = \frac{P}{v \cdot h \cdot d} \quad (1)$$

Ezalapján az alkalmazott energiasűrűség $117,85 \text{ J/mm}^3$ volt. A tesztek során a repedéskép és porozitásvizsgálat alapján határozták meg az ideális VED értéket, amely valahol 120 J/mm^3 körüli értékre adódott.

A nyomtatás során palástfelületére állított elrendezésben kerültek kinyomtatásra a toroidok. Egy nyomtatás során egyszerre 16 db toroidot készítettem. Összesen 32 db minta készült. A pontos geometriát és a nyomtatás végén kapott felületi minőséget és geometriát a 5. ábra szemlélteti.



5. ábra Toroid geometria pontos méretei (bal) és a nyomtatást követő állapot (jobb).

Az additív gyártás nagy előnye, hogy por alapanyagból indul ki és lokális megolvasztás révén nyeri el, rétegről rétegre a szerkezet az integritását. Nincs szükség nagy anyagkontinuum mozgatására, alakítására. Valahol 3,2 súlyszázalék szilíciumtartalom esetén ugyanis az elektroacélok hengerlése már nem megoldható a nagymértékű szilíciumtartalom okozta elridegedés miatt. Kémiai gőzfázis leválasztással, gyorshűtéses fóliagyártással, porszórással, hőkezeléssel hengerelt FeSi lemezek szilíciumtartalma utólagosan feldúsítható, de rendszerint ezek csak néhány század vagy tized milliméteres vastagságú anyagok esetén működik, sík lemezek esetében és az összetétel mutat némi gradiens jelleget. Ezzel szemben nyomtatással megvalósítható a homogén, komplex geometriájú, Fe-6.5wt%Si összetételű alkatrész legyártása. Jelen esetben én egy EOSINT M270-es DMLS berendezést használtam, amely a porágyas olvasztásos lejárason alapul. A berendezés egy 200 Watt névleges teljesítményű itterbium szilárdtest lézerrel van felszerelve, amelynek számos tulajdonsága szabadon paraméterezhető. A nyomtatótérben alkalmazott védőgáz típusa nitrogén volt. Az asztalhőmérséklet $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ volt, míg a rétegvastagság $20\text{ }\mu\text{m}$.

3.2 Hőkezelési stratégiák

A hőkezelés kulcsfontosságú lépés az e-acélok gyártási folyamatában. A hőkezelés célja az anyag mikroszerkezetének és mágneses tulajdonságainak optimalizálása. Különböző megközelítése lehet a hőkezelésnek, mint például az újrakristályosítás, dekarbonizálás, szemcseméret finomítás, feszültségmentesítés, stb.

A toroid mintákat a nyomtatást követően eltávolítottam a nyomtatási asztallapról mechanikus vágóeszközök és kalapács segítségével. Ezt követően a felesleges, visszamaradt támaszstruktúrákat távolítottam el, majd pedig különböző hőkezelési stratégiáknak vetettem alá az egyes darabokat. Kontroll csoportnak két darab, „as-built” nyomtatást követő állapotában megőrzött mintát raktam el. Ezeket hőkezeletlen jelzővel illetem a későbbiekben. A hőkezelésnek alávetett darabok paramétereit az 1. táblázatban foglaltam össze.

Hőmérséklet	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C
Idő	1 óra	1 óra	1 óra	1 óra	1 óra	1 óra	1 óra
Hűtés	víz	víz	víz	víz	víz	víz	víz
Darabszám	2 db	2 db	2 db	2 db	2 db	2 db	2 db

1. táblázat Alkalmazott hőkezelési stratégiák paramétereit.

Jelen kutatásban csak a hőmérséklet hatását vizsgáltam. Hosszabbtávú terveim közt szerepel a hőkezelési idő, a hűtési sebesség és a hűtőközeg változtatásának vizsgálata is.

A hőkezeléshez használt kemence egy védőgáz nélküli, atmoszférikus kemence, 1150 °C maximális fűtési hőmérséklettel. Ebbe a kemencébe vezettem be egy kvarccsövet, amelynek külső végébe egy parafadugón keresztül nagy tisztaságú argon gázt vezettem be, folyamatos, szabályzott térfogatárammal. A kvarccsőben elhelyezett mintákat a kemence ajtaján lévő nyíláson keresztül juttattam be a fűtőtérbe. A hőkezelést követően vizes tégelybe öntöttem bele a mintákat. A hőkezelés elrendezését a 6. ábra szemlélteti.



6. ábra Hőkezelő kemence az ajtaján keresztül behelyezett kvarccsővel és argon gáz bevezetéssel.

3.3 Komplex permeabilitás-spektrum mérés

A toroid mintákat a nyomtatást és hőkezelést követően komplex permeabilitás-spektrum mérésnek vettem alá annak érdekében, hogy mágneses szempontból minősíteni tudjam őket. A permeabilitás spektrumok alapján egy komplex képet kapunk arról, hogy az adott anyag, hogyan reagál a mágneses térre különböző frekvenciákon. Ezt a választ befolyásolja az anyag mikroszerkezete, beleértve a szemcseméretet, szemcsehatárokat, szemcseorientációt. Frekvencia tekintetében megkülönböztetünk alacsony és magas frekvenciatartományokat.

- Alacsony frekvenciákon van ideje a mágneses térnek mélyen behatolnia az anyagba és tömbi anyagokhoz hasonló tulajdonságokat kiváltani. Ebben az esetben a komplex permeabilitást olyan tényezők befolyásolhatják, mint doménfalarmozgás vagy örvényáramvesztesség.
- Nagyfrekvenciás esetben nincs ideje a mágneses térnek a mélyebb behatolásra, így ebben az esetben a doménszerkezet és szemcsehatárok milyensége gyakorol nagy hatást a permeabilitás-értékekre.
- A szemcsehatárok jelenléte ellenállást jelent a mágneses domének mozgásában. Ez megnövelheti a veszteségeket és csökkentheti a komplex permeabilitás valós részét magasabb frekvenciákon.
- A szemcseorientációval ellátott (GO) e-acélok irányultsága és szemcsemérete döntő jelentőségű lehet bizonyos alkalmazások esetében. A jól igazított, megnyújtott szemcsék hatékonyabb mágneses fluxus áramlást tesznek lehetővé egy adott irányba, ami magasabb komplex permeabilitást eredményez meghatározott frekvenciákon.
- A szemcseorientációból fakadó anizotrópia különböző mágneses tulajdonságokat eredményez különböző irányokba. Lágymágneses anyagok esetében általánosan igaz az, hogy mindennemű anizotrópia rontja a lágymágneses tulajdonságokat.

A mérés során a gyűrűkre jellemzően 20 menetszámból álló réztekeresztet készítettem, amelyen szinuszos gerjesztőjelet hajtottam át. A mérés során a szinuszos jelben bekövetkező torzulást mértem. Induktivitás és ellenállásértékek mérése révén következtettem vissza a mágneses permeabilitás valós és képzetes részeire. A mérés sikeres elvégzéséhez ismerni kell a minta sűrűségét, tömegét, valamint pontos keresztmetszetét. A tömegméréshez egy Kern PCB 2500-2 típusú laboratóriumi mérleget használtam, a sűrűségméréshez a Micrometrics által

gyártott gázkiszorításos AccuPyc II piknométert használtam. A geometriai méretek ellenőrzésére, mérésére pedig digitális tolmérőt használtam. A mérés során vizsgált frekvenciatartomány 1 kHz-től egészen 30 MHz-ig tartott. Ehhez két különböző LCR métert használtam. 1-100 kHz között egy HP 4274A Multi-Frequency LCR métert, míg 75 – 30 000 kHz között egy Agilent 4285A Precision LCR métert. A permeabilitás komponenseit az alábbi képletek alapján határoztam meg.

$$A = \frac{m}{\pi \cdot D_{\text{átlag}} \cdot \rho} \quad (2)$$

$$L = N^2 \cdot \mu' \cdot \mu_0 \cdot \frac{A}{l} \quad (3)$$

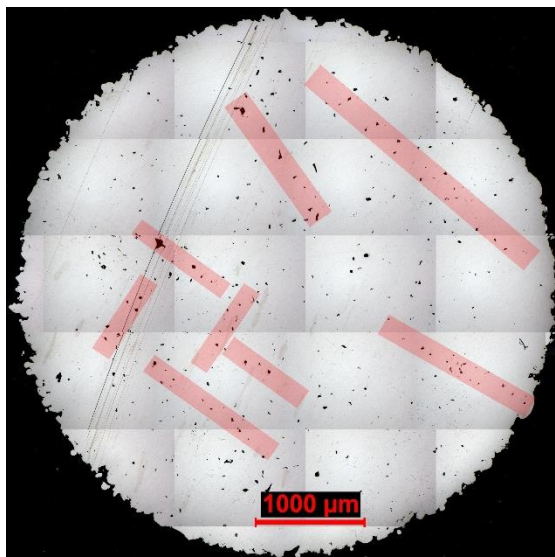
$$\mu' = \frac{L \cdot l}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot A} \quad (4)$$

$$\frac{\mu''}{\mu'} = \frac{R}{\omega \cdot L} \quad (5)$$

3.4 Mikroszkópos mérések

3.4.1 Optikai mikroszkópos mérések

Az optikai mikroszkópos méréseket egy Zeiss Axio Imager M1 típusú gépen végeztem. A minták előkészítése manuális csiszoló és automata polírozó berendezésen történtek. A végső lépésben a mintákat 1 mikronos szuszpenzióval és polírkendővel políroztam fel. Az esetleges szemcsehatárok és a lézeres olvasztás hatására kialakuló ömledékmedencék kagylós szerkezetének kimutatására a minták egyik felét nital marószerszel marattam meg. A nital 98 cm³ etil-alkoholt és 2 cm³ cc. HNO₃-mat tartalmazott. A mérések alapvetően a nyomtatást és hőkezelést követő állapot gyors ellenőrzésére szolgáltak. Ezzel a berendezéssel vizsgáltuk korábban a térfogati energiasűrűség változtatásának hatására kialakuló porozitások mennyiségét is. Erről egy szemléltető ábrát mutat be a 7. ábra, amelyen a halványpiros sávok a lézer pásztázási stratégia irányait mutatja.



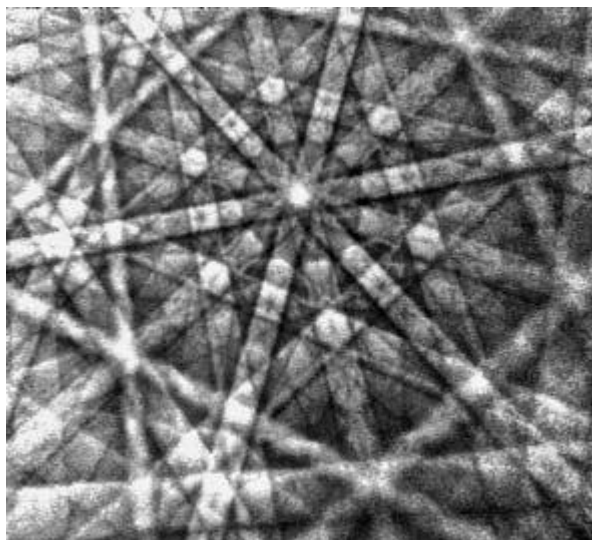
7. ábra Fe-6.5wt%Si 3D nyomtatott minta keresztmetszeti képének porozitásvizsgálata optikai mikroszkópos méréssel.

3.4.2 Pásztázó elektronmikroszkópos mérések

A gáztomizált por alapanyag, valamint a 3D nyomtatott toroid minták mikroszerkezetének és kémiai összetételének pontos elemzése céljából pásztázó elektronmikroszkópos méréseket készítettem. Ehhez egy HITACHI 3400 típusú mikroszkópot és a hozzákapcsolt Bruker EDS analízálót használtam.

3.4.3 Visszaszórt elektron diffrakciós mérések

Az EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) vizsgálat egy olyan kiegészítő eljárása a pásztázó elektronmikroszkópos (SEM – Scanning Electron Microscopy) mikroszerkezet-vizsgálati módszernek, amely révén különböző diffrakciós adatokat nyerhetünk ki a tömbi anyagmintáinkból. Meghatározhatunk segítségével többek között szemcseméretet, szemcse alakot, orientációt, szemcsehatárt és típust. A elektronok diffraktálódnak a Bragg-törvény szerint a SEM mikroszkópban 70° -ban elhelyezett minta felületéről. Ezek az elektronok ún. Kossel-kúpok mentén hagyják el a minta felületét. Ezen kúpok és a vizsgálati térben elhelyezett fluoreszkáló ernyő metszésvonalai az ún. Kikuchi-vonalak, amelyek jellemzőek az adott anyag kristályszerkezetére. Ezek a vonalak alkotják a Kikuchi-ábrákat. A kadmium Kikuchi-ábrája látható a 8. ábra.



8. ábra Kadmium Kikuchi-vonalai 20 keV gyorsítófeszültségesetén [19].

EBSD vizsgálatok esetén a szemcse definíciója eltér a konvencionális metallográfiában használt definíciótól. Ebben az esetben a felhasználó definiálja, hogy mely az az orientációkülönbség, amely felett a szoftver különböző szemcsékként értelmezze a tartományokat. Továbbá korlátozást lehet megadni pixelszám alapján a szemcseméretre vonatkozóan is. Jelen esetben 5° -nál nagyobb szögeltérésnél értelmeztem külön szemcsének az egymás melletti tartományokat. A mintákról készítettem hosszanti és keresztmetszeti képeket is. A 3D nyomtatás során az építési iránynak megfelelő Z-irányra merőleges sík a keresztmetszeti, az azzal párhuzamos sík pedig a hosszanti metszeti képet jelenti. Az idő rövideje miatt, jelenleg a hőkezeletlen, nyomtatást követő állapotról és a 900°C -on, 1 órát hőkezelt mintákról készítettem EBSD orientációs térképeket, amelyeken a nagyszögű szemcsehatárok fekete vonallal jelölve vannak. Továbbá készítettem 001 irányból inverz pólusábrákat is, amelyeket az eredmények fejezetben ismertetek részletesebben. Az EBSD felvételeket egy Philips XL-30 pásztázó elektronmikroszkóppal készítettem.

3.5 Keménységmérés

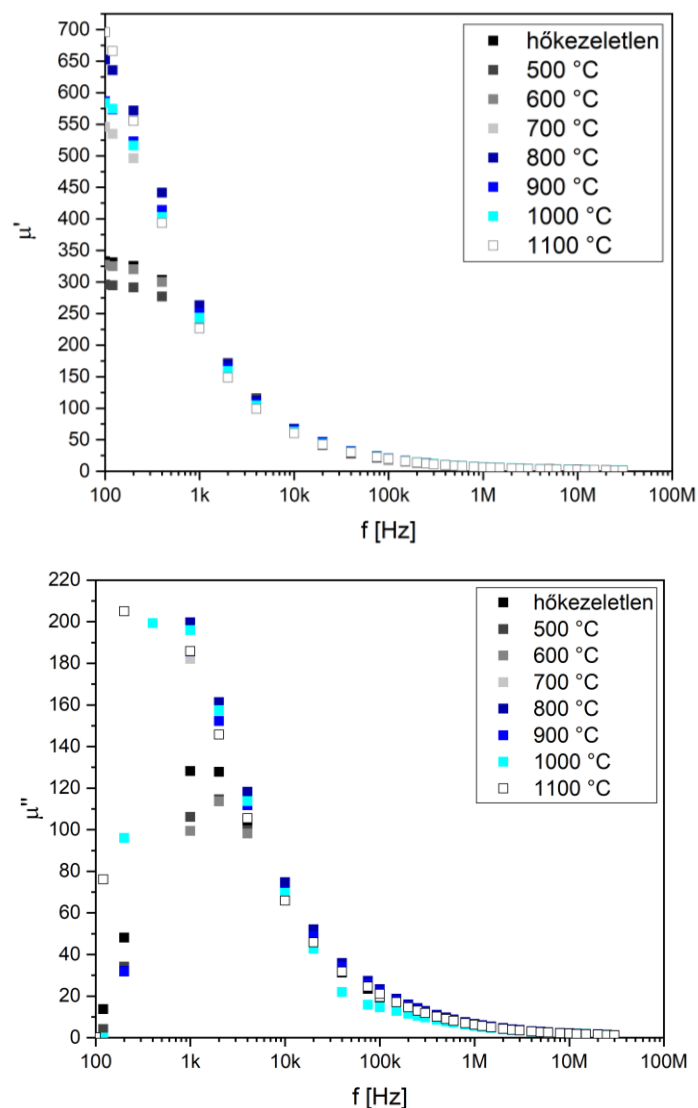
A minták hőkezelés előtti és hőkezelés során bekövetkező mikroszerkezeti átalakulásának detektálására alkalmas vizsgálati módszer a keménységmérés. Ebből a célból végeztem én is keménységméréseket a toroid minták sík oldalain. A mintákat csiszolást követően polírozásnak vettem alá, amely során először 9 és $3\text{ }\mu\text{m}$ -es, végül pedig $1\text{ }\mu\text{m}$ -es finomságú polírozóvászonon, szuszpenzió segítségével készítettem elő a toroidokat. A méréseket egy KB Prüftechnik keménységmérő berendezésen végeztem el. Vickers

keménységet mértem HV10 vagyis 98,06 N-os terhelésérték mellett. A terhelést követően manuálisan mértem le az egyes lenyomatok csúcsátloít. Minden minta esetében minimum 5 mérést végeztem, amelyeket átlagoltam és szórásmezővel láttam el.

4. Eredmények

4.1 Komplex permeabilitás-spektrum mérés eredményei

A komplex permeabilitás-spektrum mérések során egy egylépcsős átalakulási folyamatnak a jeleit sikerült detektálnom. A kiindulási, hőkezeletlen állapothoz hasonló valós, statikus permeabilitás-értékeket produkáltak az 500 illetve 600 °C-on, 1 órán át hőkezelt minták. Ezek értékei nagyjából 295 – 330 között alakultak (lásd 9. ábra). A 700 °C-on vagy e-feletti hőmérsékleten kezelt minták esetében a statikus, platós szakasz már nem is jelenik meg 100 Hz-en sem. A kezdeti valós permeabilitás értékek 545 és 696 között alakultak. A komplex mágneses permeabilitás valós részének görbéje alatti terület a hiszterézisvesztesség, vagyis az anyag átmágneseződése és visszamágneseződése során végzett munkára utal.



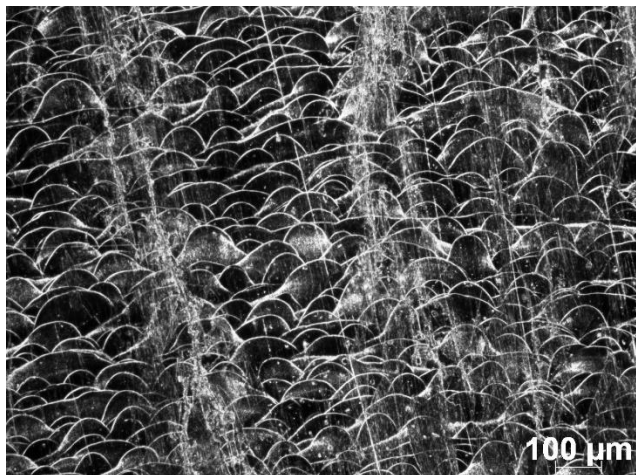
9. ábra 3D nyomtatott Fe-6.5wt%Si összetételű, különböző hőmérsékleteken, 1 óráig, argon védőgázban hőkezelt toroid minták valós (felső) és képzetes (alsó) részének komplex mágneses permeabilitás-spektruma.

A komplex permeabilitás képzetes része esetében a görbe csúcsa a valós rész leszálló ágának félértékével esik jellemzően egybe. Ebből következtethetünk az adott anyag határfrekvenciájára, valamint a platós szakasz végére (amelyek a 700 – 1100 °C-on hőkezelt minták esetében nem szerepelnek a diagramon). A képzetes rész görbe alatti területe a rezisztív, örvényáramú veszteségek mértékére utal. A mérések alapján az látható, hogy a képzetes részek lokális maximumának permeabilitás-értéke ugyan nő, de ezen érték felvételéhez társítható frekvenciaérték pedig csökken (2000 Hz-ről 200 Hz-re), vagyis a görbék csúcsai balra tolódnak. Ezen felül megfigyelhető, hogy a hőkezeletlen, az 500 °C-on illetve 600 °C-on hőkezelt minták csúcsainak maximumértéke ($\mu'' = 113$) elmarad a további mintáéktól ($\mu'' = 205$). Ez az örvényáramú veszteségek kis frekvenciákon is megjelenő dominanciájára utal.

4.2 Mikroszkópos mérések eredményei

4.2.1. Optikai mikroszkópos mérések

Az optikai mikroszkópos mérések során jól látható a lézerszinterezéssel előállított mintákra jellemző kagylós mikroszerkezeti struktúra (lásd 10. ábra). A beolvadások mélysége, sűrűsége és a határfelületükön megjelenő kiválások hiánya megfelelő olvasztási paraméterhasználatra enged következtetni. Az olvasztási rétegekre merőleges, karcos, homályos sávok a mikrorepedések jelenlétére utalnak. Az építési iránnyal párhuzamos repedések a szerkezetbe befagyott belső feszültségek ilyen módon történő relaxációjára utalnak. Könnyen belátható, hogy a repedések ilyen mértékű megjelenése a 100 °C-ra felfűtött asztal és a szinterezés síkjában min. 1600 – 1700 °C felhevített termék közti hőmérsékletkülönbség, valamint az ötvözetben rendkívül magas koncentrációban jelenlévő, ridegségért felelős szilícium kettőse a felelős.



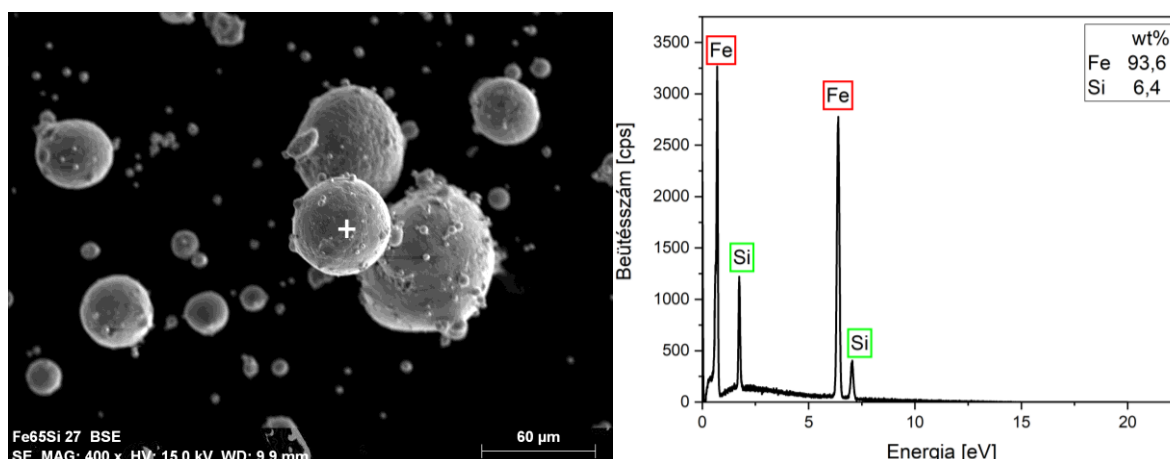
10. ábra Fe-6.5wt%Si nyomtatást követő állapotának optikai mikroszkópos képe.

A síkbeli hibák kiküszöbölése, porozítások minimális jelenléte a megfelelő paraméterek megválasztására utal. Korábbi kutatásokból ismert tény, hogy az additív módon előállított, Fe-6,5wt%Si összetételű, komplex szerkezetekben a térfogati energiasűrűség változtatásával a porozítások mennyisége valamint a kumulált repedéshossz értéke fordítottan arányos. Esetünkben a porozítások csökkentése volt a cél. A repedések feszültségrelaxációból következő megjelenését mikroötvözéssel indukált képlékenyítéssel célszerű orvosolni.

4.2.2. Pásztázó elektronmikroszkópos mérések

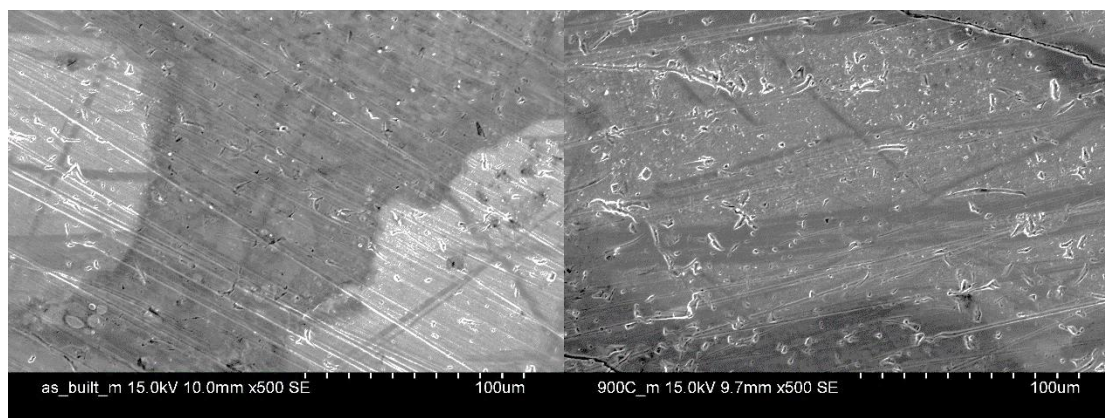
A mikroszerkezet, elemösszetétel és homogenitás ellenőrzése céljából pásztázó elektronmikroszkópos méréseket végeztem. Kiindulásként a gázatomizált porlasztással előállított 23-50 μm-es átlagos mérettartományba eső porszemcséket vizsgáltam meg

morfológia és elemösszetétel ellenőrzése céljából. A mérési eredményeket a 11. ábra foglalta össze.



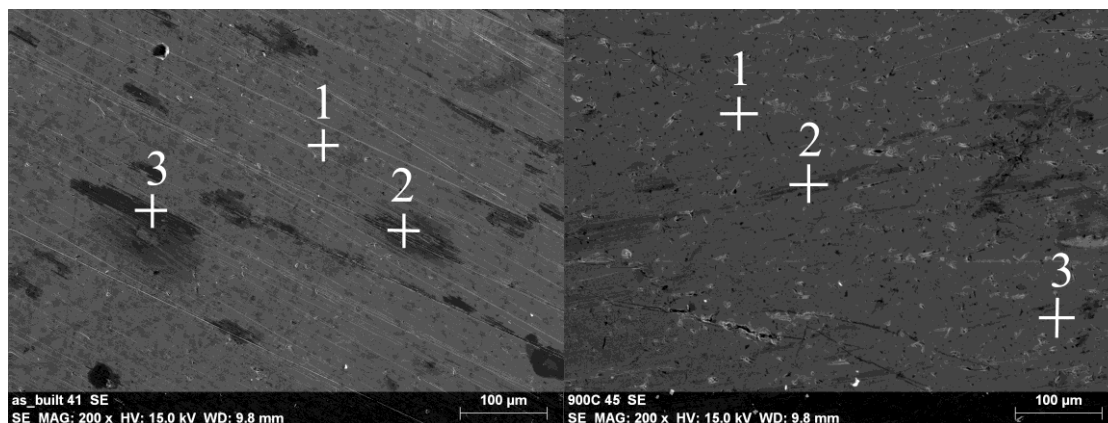
11. ábra Fe-6.5wt% gáztatizált porszemcsék morfológiai és elemösszetétel vizsgálatának SEM felvételei.

A vizsgálatok bebizonyították, hogy a hőkezeletlen és hőkezelt állapot között nincs jelentős különbség mikroszerkezeti szinten. A porozitás, repedések és esetleges oxidációs vagy kiválások megjelenése sem volt tapasztalható a 900 °C-on 1 órán át, argon védőgázban hőkezelt minták esetén. Erre vonatkozó SEM felvételeket a 12. ábra szemlélteti.



12. ábra Hőkezeletlen, maratott (bal) és 900 °C-on hőkezelt, maratott (jobb) Fe-6,5wt%Si toroid minta építési iránnyal párhuzamos síkú metszeti képe.

A lézerszinterezést és hőkezelést követő állapotok pontos elemösszetételének ellenőrzése céljából pontelemzéseket végeztem. Mindkét esetben 3 különböző, egymástól eltérő szürke árnyalatú területen vizsgáltam az anyagösszetételt. Az egyes esetekben vizsgált pontok helyét, számozását a 13. ábra mutatja be.



13. ábra SEM pontelemzés helyei a hőkezeletlen (bal) és 900 °C-on hőkezelt (jobb) minta esetében.

A pontelemzés során mért pontos értékek és azok átlagát a 2. táblázat és 3. táblázatban foglaltam össze. Az összetételt illetően sem volt tapasztalható szignifikáns különbség. Hőkezelést követően némiképp csökken a szilíciumtartalom, de a mikroszkópi felvételeken nem volt tapasztalható szilícium kiválás vagy oxidáció.

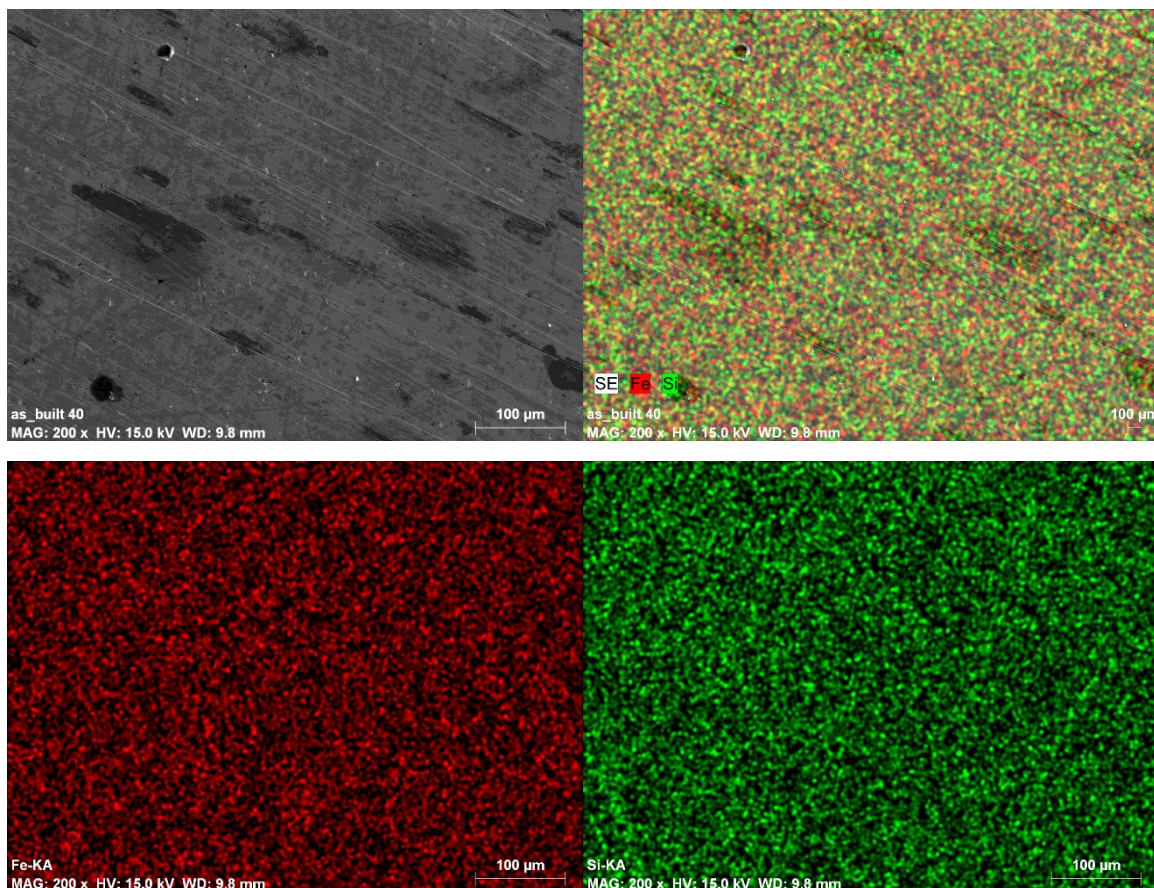
hőkezeletlen	1. mérési pont	2. mérési pont	3. mérési pont	átlag
	[wt%]	[wt%]	[wt%]	[wt%]
Vas	93,09	93,46	93,60	93,83
Szilícium	6,91	6,54	6,40	6,61

2. táblázat

900 °C, 1h	1. mérési pont	2. mérési pont	3. mérési pont	átlag
	[wt%]	[wt%]	[wt%]	[wt%]
Vas	93,68	93,79	94	93,82
Szilícium	6,32	6,21	6	6,17

3. táblázat

A fent említett két mintáról készítettem elemtérképes analízist is. A 14. ábra szemlélteti a hőkezeletlen minta elemtérképét. Megfigyelhető, hogy egészen homogén a kémiai összetétel a minta vizsgált területén. A hőkezelt minta esetében is hasonló eredmény adódott.

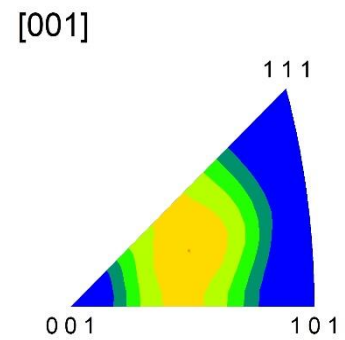
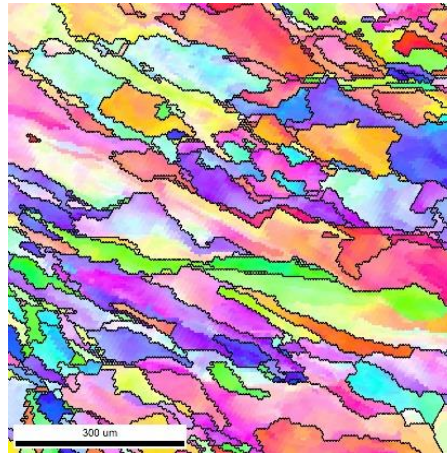
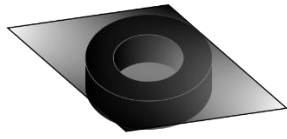


14. ábra Hőkezeletlen, 3D nyomtatott Fe-6,5wt%Si minta felületének elemtérképes SEM felvétele.

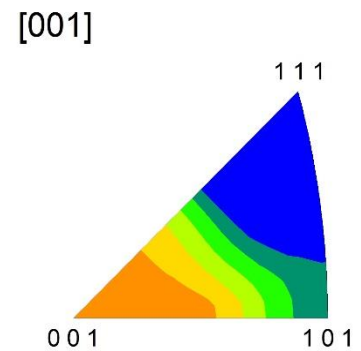
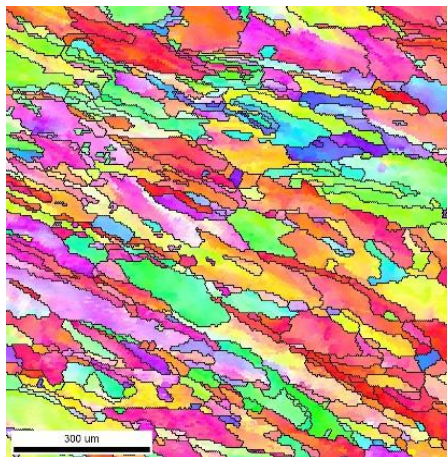
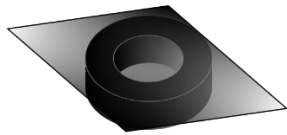
4.2.3. Visszaszórt elektron diffrakciós mérések

A következő vizsgálati szakaszban a hőkezelés hatására bekövetkező mikroszerkezeti változások detektálását, kimutatását szerettem volna megvalósítani. Ezeket a változásokat a mágneses permeabilitás-spektrum mérések során kimutatott 500 – 600 °C és 700 – 1100 °C-os minták közti különbség már predesztinálta. A vas újrakristályosodási hőmérséklete ~460 °C, míg a szilíciumé 900-1150 °C környékén van. A Fe-6.5wt%Si tehát valahol ezen két hőmérsékleti tartomány között fog alakulni. A hosszanti keresztmetszeti képek egybeesnek a nyomtatás során kialakuló, epitaxiális kristálynövekedés irányával. Nem elég azonban csak ebből az egy irányból vizsgálni a mintákat, ugyanis félrevezethetők lehetnek. 5°-nál nagyobb szögl eltérést definiálva azt tapasztaltam a hosszanti mérések során, hogy a 900 °C-os minta szemcsemérete apróbb lett, valamint egy nagyobb fokú textúráltságot mutatott, mint a hőkezeletlen minta (lásd 15. ábra). A (001) irányból készített inverz pólusábrákon is az látható, hogy egy nagyobb fokú egyenirányultság kezd kialakulni a hőkezelés révén.

hőkezeletlen, hosszanti



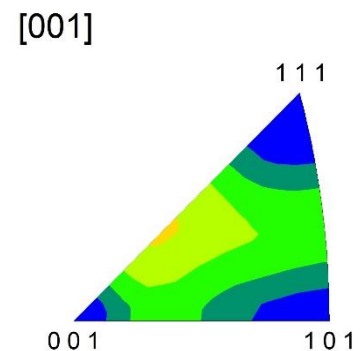
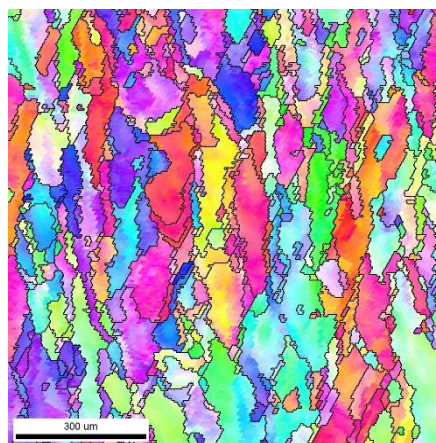
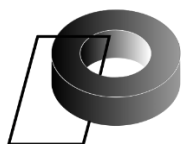
900 °C, hosszanti

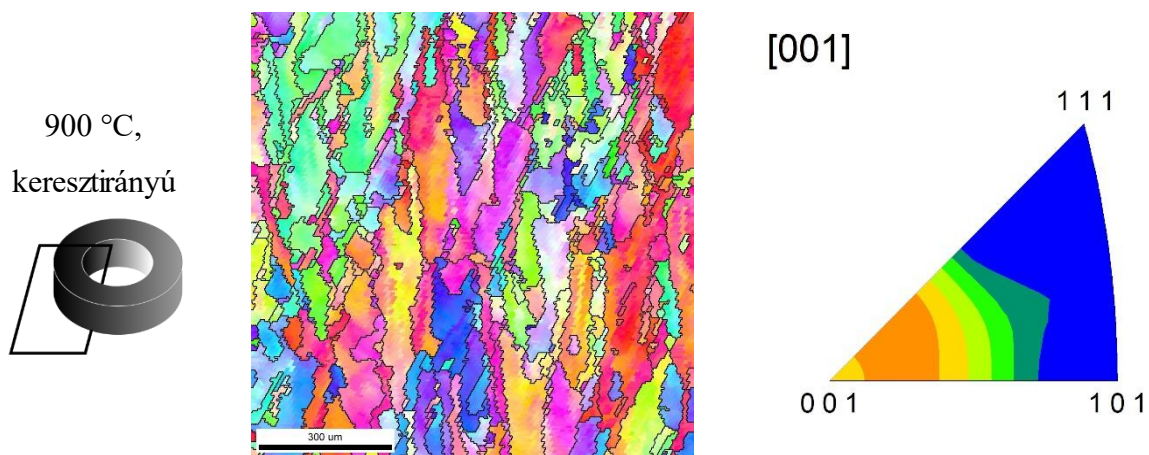


15. ábra Hosszanti keresztmetszetben készített SEM EBSD orientációs térképek és inverz pólusábrák.

A keresztirányú, vagyis a nyomtatási síkkal párhuzamos metszetben a szemcseméretben nem tapasztalható szignifikáns különbség, míg az orientáció tekintetében itt is hasonló tendencia figyelhető meg, mint az előző esetben. A hőkezelés hatására nő a minta textúráltsága, mikroszerkezeti anizotrópiája. Az ehhez kapcsolódó mérési eredményeket a 16. ábra szemlélteti.

hőkezeletlen,
keresztirányú



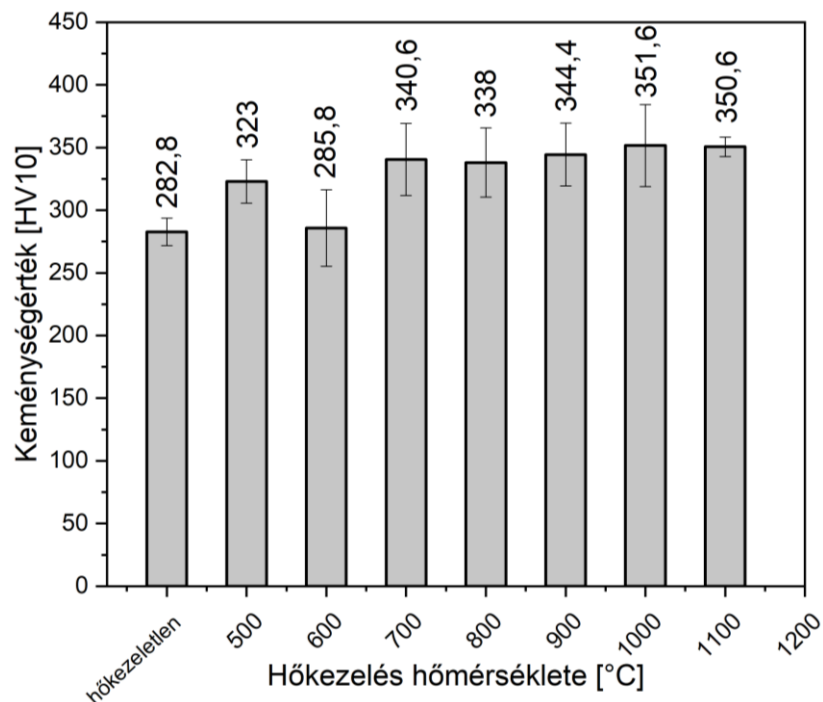


16. ábra Keresztirányú keresztmetszetben készített SEM EBSD orientációs térképek és inverz pólusábrák.

A szemcseméret és mágneses permeabilitás között összetett kapcsolat van. Alapvetően a szemcseméret növekedése meg tudja könnyíteni a mágneses dipólusok térirányba történő rendeződését, amely a mágneses permeabilitás növekedéséhez vezet. Jelen esetben a hosszanti metszetben tapasztalható szemcseméretfinomodás nem tekinthető reprezentatív és reprodukálható eredménynek ezen egy mérés alapján. A keresztmetszeti mérés jól mutatja, hogy más szögből vizsgálva nem tapasztalható ugyan ez a jelenség. Érdekes további méréseket végezni a többi mintán. A szoftveres kiértékelő program is csak 1,5-ös textúra értéket mutatott, ami nem számít szignifikáns értéknek. A permeabilitás értékének megnövekedését okozhatta a belsőfeszültségek relaxációja, a rekrisztalizáció is, de fontos ugyanakkor arra a tényre is felhívni a figyelmet, hogy ezzel egyidejűleg a képzetes rész által definiált határfrekvencia pedig lecsökken, ami a [001] kristályorientáció gyakoribb előfordulásából következhet, hiszen a szilíciumacélok könnyű mágnesezési iránya az [100], amelyre a jelenlegi textúra merőlegesen helyezkedik el.

4.3 Keménységmérés eredményei

A hőkezelés hatására kialakuló szerkezeti változások egyik eszköze a keménységmérés. Jelen esetben Vickers-keménységmérés segítségével próbáltam meg kimutatni a mintákban bekövetkező szerkezeti változást. HV10-es keménységmérés segítségével 5 mérést végeztem mindegyik mintán, különböző helyeken. Ezen mérési eredmények átlagát ábrázoltam a 17. ábra az egyes mintákhoz tartozó szórásmezők feltüntetésével.



17. ábra Vickers keménységmérés eredményei.

A mérések alapján kijelenthető, hogy a Fe-6,5wt%Si ötvözet rekristalizációs folyamatai már 700 °C-on elindulnak. A hőmérséklet további növelése további keménységnövekedést eredményez, ami arra utal, hogy az átkristályosodás mértéke magasabb hőmérsékleten nagyobb mértékű lehet [20].

5. Konklúzió

Munkám során megismerkedhettem a vas-szilícium ötvözetrendszer sajátosságaival és betekintést nyerhettem az additív gyártástechnológiával előállított anyagok mágneses és anyagvizsgálati módszereibe.

A mérések alapján a porágyas olvasztási technikával előállított Fe-6,5wt%Si összetételű toroid minták hőkezeléséről a következő megállapításokat tettem:

- A komplex mágneses permeabilitás-spektrum mérése során a 700 - 1100 °C-on, 1 órán át, argon védőgázban hőkezelt minták valós része (μ') több, mint a kétszeresére nőtt. Ezzel egyidőben a képzetes rész (μ'') 2000 Hz-ről 200 Hz-re csökkent. Ennek oka vélhetően a hőkezelés hatására megjelenő textúra és szemcseméret megváltozása lehet.

- Az optikai mikroszkópos mérések alátámasztották, hogy a szerkezet csak minimális mennyiségű porozitást tartalmaz, ami a megfelelő VED érték alkalmazását bizonyítja. Az építési iránnyal (Z) párhuzamos repedések megjelenése a szerkezetbe befagyó belső feszültségek relaxációjára utal. A nagy mennyiségű szilícium, a ciklikus újraolvasztás a gyártás során időt ad a rendezett fázisok (B2, DO3) megjelenésének, amely az anyag nagymértékű ridegségéért felelős. Bőr mikroötvözással javasolt a fent említett anyag képlékenyítése.
- Pásztázó elektronmikroszkópos mérésekkel bebizonyítottam, hogy a kiindulási alapanyag és a 3D nyomtatást valamint hőkezelést követő állapotban is közel ideális, Fe-6.5wt%Si összetételű maradt az anyag. Elemtérképes vizsgálatok bebizonyították, hogy a 3D nyomtatást követően is egy homogén, egybefüggő anyagot kaptam.
- SEM-EBSD mérésekkel kimutattam, hogy hosszanti irányban, jelen mérési terület esetén kismértékű szemcseméret finomodás figyelhető meg a 900 °C-os minta esetében. Keresztirányú vizsgálatok esetén ez már nem volt kimutatható. Mindkét esetben azonban az inverz pólusábra alapján egy [001] orientációjú textúráltság volt tapasztalható. Ennek mértéke nem jelentős, de a vizsgálatok során konstans megfigyelhető volt.
- Keménységmérés segítségével kimutattam, hogy az újrakristályosodási folyamat már kis mértékben de 700 °C-on is bekövetkezik. A rekristalizáció mértékének növekedésével, magasabb hőfokokon, nagyobb mértékű keménységnövekedést figyeltem meg.

A kutatás aktualitását a megismert szakirodalmi adatok alapján abszolút időszerűnek találtam. Folytatását indokoltnak tartom, mivel számos aspektusból vizsgálni kell még a 3D nyomtatással előállított, nagy szilíciumtartalmú, elektroacélokat. Érdemes lenne megvizsgálni a hőkezelési idő, valamint a hűtési sebesség hatását is a mágneses tulajdonságokra. Célszerűnek tartom a komplex permeabilitás-spektrum mérése mellett a hiszterézisgörbe vizsgálatát is. Emellett fontosnak tartom a már korábban említett mikroötvözással képlékenyített anyag nyomtathatósági tulajdonságainak és mágneses paramétereinek mérését is a jövőben.

5. Referenciák

- [1] F. Fiorillo, G. Bertotti, C. Appino, és M. Pasquale, „Soft Magnetic Materials”, in *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*, 1. kiad., J. G. Webster, Szerk., Wiley, 2016, o. 1–42. doi: 10.1002/047134608X.W4504.pub2.
- [2] W. E. Ruder, „New magnetic materials”, *Proc. IRE*, köt. 30, sz. 10, o. 437–440, 1942.
- [3] H. Haiji, K. Okada, T. Hiratani, M. Abe, és M. Ninomiya, „Magnetic properties and workability of 6.5% Si steel sheet”, *Proc. Twelfth Int. Conf. Soft Magn. Mater.*, köt. 160, o. 109–114, júl. 1996, doi: 10.1016/0304-8853(96)00128-X.
- [4] G. Ouyang, X. Chen, Y. Liang, C. Macziewski, és J. Cui, „Review of Fe-6.5 wt%Si high silicon steel—A promising soft magnetic material for sub-kHz application”, *J. Magn. Magn. Mater.*, köt. 481, o. 234–250, júl. 2019, doi: 10.1016/j.jmmm.2019.02.089.
- [5] D. Goll és mtsai., „Additive manufacturing of soft magnetic materials and components”, *Addit. Manuf.*, köt. 27, o. 428–439, máj. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.02.021.
- [6] A. Inoue és F. Kong, „Soft Magnetic Materials”, in *Encyclopedia of Smart Materials*, Elsevier, 2022, o. 10–23. doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.11725-4.
- [7] P. Beckley, *Electrical steels for rotating machines*, sz. 37. IET, 2002.
- [8] A. Campbell, „On the magnetic properties of silicon iron (Stalloy) in alternating magnetic fields of low value”, *Proc. Phys. Soc. Lond. 1874-1925*, köt. 32, sz. 1, o. 232, 1919.
- [9] E. Gumlich és D. I. P. Goerens, „Magnetic properties of iron-carbon and iron-silicon alloys”, *Trans. Faraday Soc.*, köt. 8, sz. October, o. 98–114, 1912.
- [10] S. Mishra, C. Därmann, és K. Lücke, „On the development of the goss texture in iron-3% silicon”, *Acta Metall.*, köt. 32, sz. 12, o. 2185–2201, dec. 1984, doi: 10.1016/0001-6160(84)90161-5.
- [11] M. Garibaldi, I. Ashcroft, J. N. Lemke, M. Simonelli, és R. Hague, „Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of soft magnetic Fe-Si produced via laser additive manufacturing”, *Scr. Mater.*, köt. 142, o. 121–125, jan. 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.08.042.
- [12] M. Garibaldi, „Laser additive manufacturing of soft magnetic cores for rotating electrical machinery: materials development and part design”, 2018.
- [13] M. Garibaldi, I. Ashcroft, N. Hillier, S. A. C. Harmon, és R. Hague, „Relationship between laser energy input, microstructures and magnetic properties of selective laser melted Fe-6.9%wt Si soft magnets”, *Met. Addit. Manuf. Microstruct. Prop.*, köt. 143, o. 144–151, szept. 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.01.016.

- [14] B. Kocsis, I. Hatos, és L. K. Varga, „3D printed metal-insulator layered structure”, *J. Magn. Magn. Mater.*, köt. 563, o. 169994, dec. 2022, doi: 10.1016/j.jmmm.2022.169994.
- [15] Kocsis Bence János, „Fém-szigetelő kompozitok előállítása járműipari célú felhasználáshoz”, 2023. Elérés: 2023. szeptember 5. [Online]. Elérhető: <https://rgdoi.net/10.13140/RG.2.2.22683.44322>
- [16] I. Hatos, I. Fekete, T. Ibriksz, B. Kocsis, A. L. Nagy, és H. Hargitai, „Effect of locally increased melted layer thickness on the mechanical properties of laser sintered tool steel parts”, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, köt. 426, o. 012014, okt. 2018, doi: 10.1088/1757-899X/426/1/012014.
- [17] F. Sarka és J. Dr. Szente, *Interaktivitás a tervezésben és a prototípusgyártásban*. Miskolc: Nemzeti Tankönyvkiadó, 2011.
- [18] A. E. Patterson, S. L. Messimer, és P. A. Farrington, „Overhanging Features and the SLM/DMLS Residual Stresses Problem: Review and Future Research Need”, *Technologies*, köt. 5, sz. 2, o. 15, ápr. 2017, doi: 10.3390/technologies5020015.
- [19] R. Schwarzer, „Spatial Resolution in ACOM - What Will Come After EBSD”, *Microsc. Today*, köt. 16, sz. 1, o. 34–37, jan. 2008, doi: 10.1017/S1551929500054316.
- [20] Z. Zhang és mtsai., „Directional recrystallization and microstructures of an Fe–6.5wt%Si alloy”, *J. Mater. Res.*, köt. 24, sz. 8, o. 2654–2660, aug. 2009, doi: 10.1557/jmr.2009.0303.